

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

This Page Blank (uspto)

N° 757.272



Classification Internationale :

C13 l

Brevet mis en lecture le :

- 9 - 4 - 1971

MINISTÈRE DES AFFAIRES ÉCONOMIQUES

BREVET D'INVENTION

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention;

Vu la Convention d'Union pour la Protection de la Propriété Industrielle;

Vu le procès-verbal dressé le 9 octobre 1970 à 15 h. 55

au greffe du Gouvernement provincial d'Anvers;

ARRÊTE :

Article 1. — *Il est délivré à la Sté dite: CPC INTERNATIONAL INC., International Plaza, Englewood Cliffs, New Jersey (Etats-Unis d'Amérique),*

repr. par Mr. M. Bockstael à Anvers,

un brevet d'invention pour : Préparation de dérivés d'amidon,

(Inv.: Mr. R.G.P. Walon),

qu'elle déclare avoir fait l'objet d'une demande de brevet déposée aux Etats-Unis d'Amérique le 10 octobre 1969, sous le n° 865.507 au nom de Mr. R.G.P. Walon dont elle est l'ayant droit.

Article 2. — *Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.*

Au présent arrêté demeure joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 9 avril 1971

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur Général,

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET BELGE

formulée par

Société dite : CPC INTERNATIONAL INC.

pour

"Préparation de dérivés d'amidon"

(Inventeur: Raoul Guillaume Philippe WALON).

comme

BREVET D'INVENTION

Priorité de la demande de brevet déposée aux Etats-Unis
d'Amérique le 10 octobre 1969 sous le Serial N° 865,507,
au nom de Raoul Guillaume Philippe WALON, dont la Société
susdite est l'ayant droit.

4

La présente invention est relative à un procédé de traitement de l'amidon, de façon à introduire des groupes carbonyles et carboxyles, en quantités approximativement égales, dans la molécule d'amidon. On connaît des amidons contenant des groupes carbonyles, l'amidon-dialdéhyde étant le meilleur exemple connu. En outre, le brevet américain n° 3.329.672 de Hugh J. Roberts, accordé le 4 juillet 1967, divulgue et revendique des amidons contenant des groupes carbonyles, préparés en oxydant un dérivé de vic-glycol d'amidon avec un acide périodique, ses sels ou autres. On connaît également des amidons contenant des groupes carboxyles. Toutefois, il est difficile d'obtenir un amidon qui contient des groupes carboxyles et un nombre important de groupes carbonyles, égal approximativement à celui des groupes carboxyles. Les procédés d'oxydation classiques aboutissent à la formation de quantités substantielles de fonctions carboxyles, mais peu de fonctions carbonyles ou aucune fonction carbonyle n'est présente dans la molécule d'amidon.

Les dérivés d'amidon contenant des groupes carbonyles et carboxyles, en plus des groupes hydroxyles de la molécule, trouvent de nombreux usages. Etant donné qu'ils possèdent les caractéristiques des amidons contenant à la fois des groupes carbonyles et carboxyles, ils peuvent être appropriés à tous les usages finals pour lesquels ces matières sont actuellement employées, par exemple comme agents de revêtement et d'apprêtage des papiers et des textiles, comme adhésifs, etc. Ils sont particulièrement utiles comme liants pour les agents de revêtement colorés des papiers et comme agents d'apprêtage des textiles, en particulier pour les fils contenant des polyester. En outre, en raison de leurs trois positions réactives, ils servent d'excellentes matières premières pour un grand nombre de dérivés d'amidon utiles.

q

757272

Par conséquent, un but de la présente invention consiste à mettre au point un procédé pour oxyder sélectivement l'amidon, de façon à introduire des groupes carbonyles et carboxyles, en quantités approximativement égales, dans la molécule.

Un autre but est de préparer les dérivés d'amidon contenant des groupes carboxyles et également un nombre important de groupes carbonyles.

Un autre but consiste à préparer des dérivés d'amidon qui contiennent des groupes carboxyles et carbonyles, qui sont extrêmement réactifs et qui peuvent être utilisés comme intermédiaires pour la préparation d'un grand nombre de composés utiles.

D'autres buts et avantages apparaîtront aisément à la lecture du présent mémoire et des revendications jointes.

Conformément au procédé de l'invention, l'amidon est oxydé avec un peroxyde, par exemple un peroxyde d'hydrogène, en présence d'un catalyseur ferreux. Ce catalyseur ferreux doit être stabilisé de façon à empêcher les ions ferreux d'être oxydés en ions ferriques par le peroxyde d'hydrogène. Un procédé approprié et préféré pour atteindre ce résultat consiste à fixer les ions ferreux sur une résine échangeuse de cations, fortement acide et résistant à l'oxydation.

Les résines échangeuses de cations, appropriées à une utilisation dans la présente invention, sont en général des copolymères préparés en faisant réagir du styrène avec des quantités variées de divinylbenzène et en sulfonant ensuite les noyaux aromatiques formant l'ossature du polymère. En plus du styrène, d'autres composés aromatiques monovinylés appropriés sont l'alpha-méthylstyrène, le chlorostyrène, le vinyltoluène, le vinylnaphtalène et leurs homologues, capables de copolymériser.

En outre, des composés aromatiques polyvinylés appropriés, tels que le divinyltoluène, le divinylxylène, le

divinylnaphtalène et le divinyléthylbenzène peuvent être substitués au divinylbenzène.

Des résines de ce type sont fabriquées sous la marque de fabrique AMBERLITE par Rohm & Haas, ou DOWEX par Dow Chemical Company. En lieu et place des résines précitées, les résines échangeuses de cations, préparées par condensation d'un aldéhyde, d'un phénol et d'un acide sulfonique organique pour donner des résines polymères sulfonées, sont également utiles pour la présente invention. D'autres résines, possédant les propriétés des résines échangeuses de cations précitées, fortement acides, peuvent aussi être utilisées dans la présente invention.

Les résines échangeuses de cations préférées sont préparées en sulfonant des résines polymères obtenues en copolymérisant une solution monomère contenant 10 à 20% en poids de divinylbenzène et 80 à 90% en poids de styrène. Les résines les plus préférées ont une teneur en divinyle de 12 à 20% en poids et une teneur en styrène de 80 à 88% en poids. Ce type de résine est désigné ci-après par l'expression "résine de polystyrène sulfonée".

La résine, se présentant de préférence en grains ou sous une forme granulée, est transformée en premier lieu en un cycle hydrogène par régénération à l'acide. Elle est ensuite saturée d'ions ferreux ou d'un mélange d'ions ferreux avec d'autres ions métalliques, en faisant passer une solution d'un sel ferreux approprié, par exemple un sulfate ferreux, sur la résine.

La résine saturée d'ions ferreux est ajoutée à une pâte aqueuse d'amidon. De préférence, en vue d'éviter l'oxydation des ions ferreux en ions ferriques, l'eau utilisée pour la préparation de la solution initiale du sel ferreux et celle utilisée pour la préparation de la pâte d'amidon doivent être

bouillies en vue d'éliminer l'oxygène dissous.

Une solution peroxyde, de préférence du peroxyde d'hydrogène, est ensuite ajoutée lentement au mélange résultant, de préférence sous agitation modérée pendant le procédé entier. La dose de peroxyde ajoutée dépend du degré de substitution désiré. De préférence, au moins 5% environ de peroxyde sont utilisés, basé sur le poids de l'amidon. Il est souhaitable de maintenir la température du mélange réactionnel au-dessous de 60°C environ, de préférence à une température non supérieure à 30°C environ. Il est possible de mettre en oeuvre le procédé à des températures plus élevées, par exemple à la température de gélatinisation de l'amidon ou à une température supérieure, en vue d'obtenir un produit gélatinisé. Toutefois, les hautes températures entraînent des pertes de rendement importantes, attribuables à la formation de solubles, et peuvent aussi détériorer le catalyseur. Par conséquent, une température réactionnelle située au-dessous de 60°C environ, et de préférence inférieure à 30°C, est souhaitable. Le peroxyde doit être ajouté lentement à la pâte, c'est-à-dire pendant une période comprise entre environ 12 et 96 heures ou plus. Si une solution de peroxyde fortement concentrée est utilisée, elle doit être ajoutée à une vitesse extrêmement lente, en vue d'empêcher des pertes de rendement excessives et une oxydation possible du catalyseur. Les solutions diluées peuvent être ajoutées plus rapidement.

La dose de catalyseur présent doit être d'au moins 0,5% d'ions ferreux environ, basé sur le poids de l'amidon. Des concentrations de 2 ou 3% environ sont préférées; des doses plus grandes peuvent être utilisées, mais celles-ci ne sont pas nécessaires.

Dès que la réaction est achevée, le catalyseur est

éliminé par filtration ou centrifugation et le dérivé d'amidon est récupéré à partir de la pâte. Les dérivés contiennent des groupes carbonyles et carboxyles en proportions approximativement égales, les groupes carbonyles étant en général légèrement moins nombreux que les groupes carboxyles.

Les amidons utilisés pour la mise en oeuvre de l'invention peuvent être dérivés de toute source végétale, telle que par exemple le maïs, le blé, les pommes de terre, le tapioca, le riz, le sagou ou le sorgo en grains. Les amidons à forte teneur en amylose, les amidons cireux et les fractions individuelles d'amidon (c'est-à-dire l'amylose et l'amylopectine) peuvent également être utilisés. Le terme "amidon" est utilisé dans son sens le plus large et couvre l'amidon non modifié et les produits de queue, ainsi que l'amidon qui a été modifié par traitement avec des acides, des alcalis, des enzymes, etc. Les dérivés d'amidon de types variés sont également appropriés au procédé. Si un dérivé d'amidon, contenant une chaîne latérale oxydable, est traité conformément à l'invention, la chaîne latérale est de préférence oxydée, c'est-à-dire avant la fixation des groupes hydroxyles sur la molécule d'amidon de base. De nombreux dérivés utiles et intéressants peuvent être préparés par le choix approprié d'un ou de plusieurs dérivés comme matières premières pour le procédé de l'invention.

Dans les exemples suivants, donnés uniquement à titre indicatif et ne limitant en aucune façon la portée de l'invention, les procédés analytiques ci-après sont utilisés pour déterminer le nombre des fonctions carboxyles et carbonyles présentes dans les produits de l'amidon.

Détermination des groupes carboxyles

2 à 5 grammes environ d'amidon sont pesés avec précision et lavés avec 20 cm³ de HCl à 0,1N. Le mélange est centrifugé. Le gâteau centrifugé est ensuite lavé à l'eau jusqu'à ce que le

-7-
7

pH du liquide surnageant atteigne la valeur 4. Ensuite, le mélange est centrifugé. L'amidon est transformé en pâte avec de l'eau et 10 cm³ de NaOH à 0,1N sont ajoutés. De la phénolphtaléine est additionnée à la pâte résultante et le mélange est titré avec du HCl à 0,1N. La fonction carboxyle, en termes de moles/100 g d'amidon, est calculée comme suit. On suppose que P est le poids de l'amidon sec et que a est la quantité d'HCl à 0,1N titré par rapport à la pâte, auquel 10 cm³ de NaOH à 0,1N ont été ajoutés. Dès lors, le nombre de moles de la fonction carboxyle de l'échantillon P est

$$\frac{(10 - a) 0,1}{1000}$$

1000

Le nombre de moles de la fonction carboxyle par 100 g d'amidon est ensuite calculé comme suit:

$$\frac{(10 - a) 0,1 \times 100}{1000 P} = \frac{10 - a}{100 P} = \text{moles/100 g d'amidon.}$$

Détermination des groupes carbonyles

A 5 g d'amidon, on ajoute 25 cm³ de chlorhydrate d'hydroxylamine à 0,5N et le pH est réglé à 5 avec du NaOH. On laisse reposer le mélange pendant 20 heures à 20-25°C; on lave ensuite l'amidon avec de l'eau déminéralisée et on centrifuge quatre fois. L'amidon est ensuite transféré dans un flacon de Kjeldahl et l'excès d'humidité est évaporé par séchage à 90-100°C. Une détermination Kjeldahl est réalisée comme suit. 10 g de catalyseur (10 parties de K₂SO₄ et 3 parties de CuS₂O₃) et 50 cm³ de H₂SO₄ concentré sont ajoutés. Le mélange est chauffé jusqu'à ce que la solution devienne claire. Du zinc, de la phénolphtaléine et un excès de NaOH sont ensuite additionnés au mélange qui est distillé dans 20 cm³ d'H₂SO₄ à 0,1N. Le distillat est titré avec du NaOH à 0,1N. La fonction carbonyle est calculée de la manière suivante. On suppose que a est la quantité de NaOH à 0,1N utilisée pour la titration. Le nombre de moles de la fonction

carboxyle et carbonyle de 5 g d'amidon est représenté par l'équation.

$$(20 - a) 0,1$$

1000

Le nombre de moles de la fonction carboxyle et carbonyle de 100 g d'amidon est calculé comme suit:

$$\frac{(20 - a) 0,1 \times 100}{5 \times 1000} = \text{moles de COOH} + \text{CO}/100 \text{ g.}$$

Les nombres de moles de la fonction carbonyle sont obtenus en soustrayant de la valeur atteinte, le nombre de moles de la fonction carboxyle, précédemment déterminé.

EXEMPLE I

Une résine de polystyrène sulfonée est tout d'abord transformée en hydrogène par régénération avec une solution d'HCl à 10%. Elle est ensuite lavée. Une solution de sulfate ferreux à 1%, préparée avec de l'eau bouillie, est passée sur la résine jusqu'à ce que celle-ci soit complètement saturée d'ions ferreux.

Une pâte à 23 Baumé d'amidon de maïs à haute teneur en amylose est préparée et le catalyseur est ajouté à la pâte en une quantité équivalent à 1% d'ions ferreux, basé sur le poids de l'amidon. 650 cm³ de peroxyde d'hydrogène à 20 volumes sont ensuite ajoutés lentement, par kilogramme d'amidon (base sèche) pendant une période de 48 heures, tout en maintenant le mélange réactionnel au-dessous de 30°C pendant la réaction entière.

Deux autres essais identiques sont ensuite effectués, au cours desquels la dose de catalyseur est augmentée de 2 et 3% respectivement.

Après chaque essai, le catalyseur est éliminé et l'amidon est récupéré et analysé. Les résultats sont donnés au tableau I.

TABLEAU I.

Dose de catalyseur	1%	2%	3%
Groupes carboxyles moles/100 g d'amidon Substitution par unité de dextrose	0,021 1 groupe par 29 unités de dextrose	0,021 1 groupe par 29 unités de dextrose	0,021 1 groupe par 23 unités de dextrose
Groupes carbonyles moles/100 g d'amidon substitution par unité de dextrose	0,018 1 groupe par 34 unités de dextrose	0,018 1 groupe par 34 unités de dextrose	0,019 1 groupe par 32 unités de dextrose
Equivalent en dextrose	3,3	2,5	3,0
Réduction de puissance ($K_3Fe(CM)_6$)	24,4	23	25
Pertes de rendement (%)*	1,2	1,2	3,5

* (attribuable à la solubilisation de l'amidon)

EXEMPLE II

L'exemple I est répété en utilisant 2% de catalyseur et du peroxyde d'hydrogène à 100 volumes. Le dérivé résultant contient une fonction carbonyle de 0,029 mole/100 g d'amidon (1 groupe carbonyle par 21 unités de dextrose) et une fonction carboxyle de 0,042 mole/100 g d'amidon (1 groupe carboxyle par 15 unités de dextrose). L'équivalent en dextrose est de 5,5, la réduction de puissance de 37,3 et la perte de rendement de 5,5 %.

EXEMPLE III

Une série d'essais est effectuée en utilisant de l'amidon de maïs courant et 2% de catalyseur. Les autres conditions réactionnelles sont identiques à celles de l'exemple I.

Les dérivés se caractérisent par une substitution carbonyle de 0,023 à 0,032 mole/100 g d'amidon (1 groupe carbonyle par 26 à 19 unités de dextrose) et une substitution carboxyle de 0,021 à 0,029 mole/100 g d'amidon (1 groupe par 29 ou 21 unités de dextrose). Les pertes de rendement varient de 4,4 à 8,8 %.

D'autres essais sont ensuite réalisés, pour lesquels des catalyseurs sont préparés en utilisant du chlorure ferreux et du nitrate ferreux comme sources d'ions ferreux. Les résultats sont comparables à ceux obtenus avec le sulfate ferreux.

EXEMPLE IV

L'exemple I est répété en utilisant de l'amidon de maïs ferreux et 2% de catalyseur. Les dérivés contiennent un groupe carbonyle de 0,026 mole par 100 g d'amidon et un groupe carboxyle de 0,026 mole par 100 g d'amidon. La perte de rendement est de 11,3%.

EXEMPLE V

Cet exemple est effectué pour déterminer la dose optimale de peroxyde à ajouter à l'amidon.

50 kg d'amidon de maïs courant sont mis en suspension dans 120 litres d'eau et un catalyseur préparé comme à l'exemple I, d'une concentration de 0,5% d'ions ferreux, basée sur le poids de l'amidon, est ensuite ajoutée. En maintenant la température à 15°C, un total de 33 litres de peroxyde d'hydrogène à 100 volumes est additionné au mélange en six parties approximativement égales, chaque partie étant ajoutée lentement pendant une période de 24 heures.

A la fin de chaque addition, un échantillon de 1000 g est recueilli, lavé et analysé quant au point de gélification, à la viscosité de pointe Brabender, à la fonction carbonyle, à la fonction carboxyle et à la perte de rendement due à la solubilisation. Un autre échantillon est recueilli et analysé 24 heures après l'addition finale de peroxyde. Les résultats figurent au tableau II.

TABLEAU II

Echantillon n°	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>
H ₂ O ₂ ajouté							
litres	5,5	11,0	16,5	22,0	27,5	33,0	33,0
% basé sur l'amidon	16,5	33,0	49,5	66,4	83,0	100,0	100,0
Point de gélification (°C)	76	74	70	69	67	65	65
Viscosité de pointe Brabender	50	560	410	1300	2020	900	1660
Groupes carbonyles (moles/100 g d'amidon)	0,007	0,006	0,008	0,009	0,013	0,007	0,009
Groupes carboxyles (moles/100 g d'amidon)	0,010	0,015	0,012	0,017	0,016	0,016	0,016
Perte de rendement (%)	1,5	2,6	3,2	4,8	10,0	11,3	12,3

D'après les données mentionnées ci-dessus, on

constate que les substitutions carbonyles et carboxyles sont relativement basses, ce qui peut être expliqué aisément par le fait que la concentration de catalyseur n'est que de 0,5%. D'après ceci, on conclut qu'une concentration de catalyseur largement inférieure à cette valeur est indésirable.

D'après les données, il apparaît également qu'aucune augmentation importante de la formation de dérivés ne se manifeste lorsque 50% ou plus de la quantité stoechiométrique de peroxyde sont utilisés, tandis qu'une dilution et solubilisation substantielle de l'amidon se produit à des quantités supérieures à 50%.

EXEMPLE VI

Dans cet exemple, les conditions sont similaires à celles de l'exemple 5, sauf que le catalyseur est ajouté à

un niveau de 2% et que 15 litres de peroxyde d'hydrogène à 100 volumes (approximativement 50% de la quantité stoechiométrique) sont additionnés au mélange en trois parties de 5 litres, chaque partie étant ajoutée lentement pendant une période de 24 heures. Les résultats sont cités au tableau III.

TABEAU III.

<u>Echantillon n°</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
H ₂ O ₂ ajouté, litres	5	10	15
Groupes carbonyles, moles/100 g d'amidon	0,008	0,001	0,016
Groupes carboxyles, moles/100 g d'amidon	0,005	0,01	0,016
Pertes de rendement, %	1,6	3,3	6,1

EXEMPLE VII

Cet essai est entrepris pour déterminer l'effet, dans la mesure où il est présent, que le pH exerce sur la réaction. Trois essais sont réalisés, au cours desquels les pH sont maintenus à 1,5, 2,5 et 3,0 respectivement, par addition de NaOH à 1N pendant les réactions pour neutraliser l'acide formé. Dans chaque essai, 2000 g d'amidon de maïs sont mis en suspension dans 2000 cm³ d'eau et le catalyseur est ajouté sous une concentration de 2%. La température est maintenue à 15°C environ. Un total de 1300 cm³ de peroxyde d'hydrogène à 100 volumes est additionné en deux parties égales à chaque pâte d'amidon, chaque partie étant ajoutée lentement pendant une période de 24 heures. Après chaque addition de peroxyde, un échantillon est examiné quant aux fonctions carbonyles et carboxyles, perte de rendement et viscosité Brabender. Les résultats figurent au tableau IV.

TABLEAU IV

Echantillon n°	<u>1</u>	<u>1a</u>	<u>2</u>	<u>2a</u>	<u>3</u>	<u>3a</u>
H ₂ O ₂ ajouté, cm ³	650	1300	650	1300	650	1300
pH	1,5	1,5	2,5	2,5	3,0	3,0
Groupes carbo-nyles	0,013	0,01	0,005	0,006	0,007	0,008
Groupes carboxyles	0,006	0,01	0,002	0,013	0,005	0,01
Perte de rendement (%)	2,6	4,3	1,6	3,7	1,9	3,9
Viscosité Brabender	120	290	1050	1490	4500	720
(amidon concentré)	(6%)	(12%)	(8%)	(12%)	(8%)	(12%)

Comme on peut le voir d'après les données précitées, le pH a un effet relativement faible sur la formation de solubles. Comme on le supposait, la viscosité est plus basse lorsque des pH réduits sont utilisés.

EXEMPLE VIII

Cet essai est entrepris pour déterminer l'effet de l'utilisation de niveaux fortement élevés de catalyseur. Deux essais sont effectués à une température de 15°C et à un pH de 2,5 et en utilisant 2000 g d'amidon de maïs transformé en pâte dans 2000 cm³ d'eau. A une pâte, on ajoute un catalyseur préparé conformément à l'exemple 1, sous une concentration de 5%, basé sur le poids d'amidon; à l'autre pâte, on ajoute un catalyseur d'une concentration de 20%. 650 cm³ de peroxyde d'hydrogène à 100 volumes sont additionnés lentement en deux parties égales à chaque pâte. Les résultats sont donnés au tableau V.

4

757272

TABLEAU V

<u>Echantillon n°</u>	<u>1</u>	<u>1a</u>	<u>2</u>	<u>2a</u>
Catalyseur (% Fe basé sur le poids de l'amidon)	5	5	20	20
H ₂ O ₂ ajouté (cm3)	325	650	325	650
Groupes carbonyles	0,005	0,013	0,005	0,008
Groupes carboxyles	0,002	0,012	0,004	0,009
Perte de rende- ment (%)	1,6	3,7	3,0	4,0
Viscosité Brabender	1040	1490	3900	1505
(amidon concentré)	8%	12%	8%	12%

D'après les données précitées, il apparaît aisément que l'augmentation du catalyseur à un niveau élevé (20%) n'a aucun effet substantiel sur les produits finals obtenus.

Bien que la présente invention ait été décrite en liaison avec des formes de réalisation spécifiques, il est bien évident que d'autres modifications peuvent être apportées à l'invention et que la présente demande envisage de couvrir toutes les variations, utilisations ou adaptations de l'invention respectant en général ses principes, y compris les déviations de la présente divulgation, telles qu'elles rentrent dans la mise en oeuvre usuelle ou connue de la technique à laquelle l'invention se rapporte, telles qu'elles peuvent être appliquées aux caractéristiques essentielles exposées ci-dessus et telles qu'elles se rangent dans le cadre de l'invention.

REVENDICATIONS.

1.- Procédé de préparation de dérivés d'amidon contenant des groupes carbonyles et carboxyles, caractérisé en ce qu'il consiste à soumettre l'amidon à l'action oxydante d'un peroxyde en présence d'un catalyseur comprenant des ions ferreux stabilisés.

2.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit catalyseur comprend des ions ferreux fixés sur une résine échangeuse de cations, résistant fortement à l'oxydation.

3.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit peroxyde comprend du peroxyde d'hydrogène.

4.- Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que ledit catalyseur comprend une résine échangeuse de cations à base de polystyrène sulfoné, saturée d'ions ferreux.

5.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit catalyseur est présent en une quantité d'au moins 0,5% d'ions ferreux en poids, basé sur le poids de l'amidon.

6.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit peroxyde est présent en une quantité d'au moins 5% en poids environ, basé sur le poids de l'amidon.

7.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que ledit catalyseur est mélangé en premier lieu avec une solution aqueuse dudit amidon; et en ce que ledit peroxyde est ensuite ajouté au mélange pendant une période d'environ 12 à 96 heures.

8.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la température est maintenue à un niveau non supérieur à 60°C environ, pendant la réaction entière du peroxyde avec l'amidon.

9.- Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que la température est maintenue à un niveau non supérieur à 30°C environ, pendant la réaction entière du peroxyde avec l'ami-

don.

10.- Préparation de dérivés d'amidon, substantiellement
telle que décrite précédemment.

p.pon de: Société dite: CPC INTERNATIONAL INC.
Anvers, le 9 octobre 1970.

p.pon de: Bureau des Brevets et des
Marques M.F.J. BOCKSTAEL.

Peréden

This Page Blank (uspto)